

(19)



JAPANESE PATENT OFFICE

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number: **06057121 A**

(43) Date of publication of application: **01 . 03 . 94**

(51) Int. Cl

C08L 71/02
C08K 5/17
C08K 5/54
C08K 5/57

(21) Application number: **04214068**

(71) Applicant: **SEKISUI CHEM CO LTD**

(22) Date of filing: **11 . 08 . 92**

(72) Inventor: **TODA TOMOMOTO**
MURAYAMA YUKIHIKO

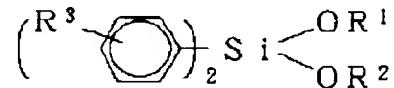
(54) **ROOM-TEMPERATURE-CURABLE
COMPOSITION**

COPYRIGHT: (C)1994 JPO&Japio

(57) Abstract:

PURPOSE: To obtain the room-temperature-curable composition which cures rapidly and is useful as a sealing material by incorporating an organotin compound, an amine compound, and a specific organosilicon compound into a specific polymer having a crosslinkable terminal group.

CONSTITUTION: 100 pts.wt. polymer which has a backbone consisting substantially of a polyether and has a crosslinkable, hydrolyzable silyl group at its terminal (wherein the backbone is especially desirably polyoxypropylene from the standpoint of material properties after cure, while the silyl group is especially desirably an alkoxy silyl from the standpoint of storage stability) is mixed with 0.1-10 pts.wt. organotin compound, 0.02-10 pts.wt. amine compound, and 0.01-8 pts.wt. diaryldialkoxy silane represented by the formula (wherein R¹ and R² each is a 1-3C alkyl and R³ is H or a 1-12C alkyl) to obtain this composition, which cures rapidly and satisfies necessary sealant properties such as tensile properties. The composition is hence useful as a sealing material, etc.



(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平6-57121

(43)公開日 平成6年(1994)3月1日

(51)Int.Cl.⁵

C 08 L 71/02
C 08 K 5/17
5/54
5/57

識別記号

LQC

庁内整理番号

9167-4 J
7242-4 J
7242-4 J
7242-4 J

F I

技術表示箇所

審査請求 未請求 請求項の数1(全 6 頁)

(21)出願番号

特願平4-214068

(71)出願人 000002174

積水化学工業株式会社

(22)出願日

平成4年(1992)8月11日

大阪府大阪市北区西天満2丁目4番4号

(72)発明者 戸田 智基

京都市南区吉祥院八反田町8

(72)発明者 村山 之彦

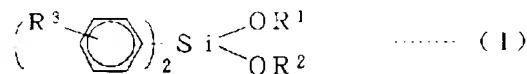
大阪市淀川区西宮原3-3-2-509

(54)【発明の名称】 室温硬化性組成物

(57)【要約】

【目的】 シーリング材として実用に供し得る程度の速い硬化速度の室温硬化性組成物を得る

【構成】 主鎖が本質的にポリエーテルであり、末端に架橋可能な加水分解性シリル基を有する重合体(A) 100重量部と、有機錫化合物(B) 0.1~10重量部と、アミン化合物(C) 0.02~10重量部と、下記の一般式(I)で示されるジアリールジアルコキシラジン(D) 0.01~8重量部とを含むことを特徴としている



- 7 -

【0012】本発明で用いられる有機錫化合物（B）とは、錫原子に炭素数31～20の1価の炭化水素基が直接に1または2以上結合した構造を有する化合物である。これら有機錫化合物（B）として、例を示すと、(1)～(3)が挙げられる。

①. 金子小錫子小金子，金子小金子小錫子小金子，
小錫子小錫子小金子，金子小金子小錫子小金子類

（アーチー・マーティン著「アーチー・マーティンの錫」）

【0015】本発明によれば、有機錫化合物(3)の使用量は、上記の重合体(1)100重量部に対して、0.1～10重量部である。0.1重量部未満では硬化促進の効果が少なめ、10重量部を超えると硬化物の物性が著しく低下するからである。好適には0.5～5重量部である。

【0016】本発明で用いられるアミン化合物(C)としては、例えば下デキルアミン、オクチルアミン、ベニ

アミアミ、チラメチルアミアミ、等やN-[2-アミノエチル]-2-アミノロビン酸メチルアミ、キレートアミ、N-[2-アミノエチル]-3-アミノアロマチカルアミジカルアミ、等、アミノロビン酸メチルアミ、キレートアミ、等、アミノロビン酸メチルアミジカルアミ、N、N-ジアミノ[3-(アミノキラメチル)アミノ]アミノ、N、N-ジアミノ[3-(アミノキラメチル)アミノ]アミノ等が挙げられる。中でも、アミノアミノ、N-[2-(アミノエチル)]-2-アミノロビン酸メチルアミ、等、N-[2-(アミノエチル)]-3-アミノロビン酸メチルアミ、等が好適に用いられる。

【0.017】本発明に付いて、アミン化合物(C)の使用量は、上記ウレトラン(A)100重量部に対して、0.02~1.0重量部でもら、0.02重量部未満では硬化促進の効果が少ない、1.0重量部を超えると硬化物の物性が低下するからでもら、好適には、0.1~8重量部である。

【0018】本発明で用いられるアクリルアクリル酸共重合物は、(1) として、例えば、アクリル酸アクリル酸共重合物、アクリル酸アクリル酸共重合物等が挙げられる。中でも、アクリル酸アクリル酸共重合物が好適に用いられる。本発明において、アクリル酸アクリル酸共重合物 (1) の使用量は、上記の重合体 (A) 100 重量部に対して、0.01~8 重量部である。0.01 重量部未満では硬化促進の効果が少なく、8 重量部を超えると硬化物のモルタル性が著しく低下するからである。好適には、0.05~6 重量部である。

【0019】本発明の室温硬化性組成物には、複数を目的として各種の充填剤を添加することができる。例えば、炭酸カルシウム、炭酸マグネシウム、含水ケイ酸、無水ケイ酸、ケイ酸カルシウム、シリカ、酸化チタニア、クレジン、タルク、カーボンアラード等を添加することができる。これらの充填剤は1種の内で使用してもよいが、2種以上使用してもよい。

【0020】また、本発明においては、可塑剤を添加することにより、さらに硬化後の伸長物性を高めたり、低弾性率化することができる。可塑剤としては、脂肪族カルボン酸、脂肪族カルボン酸のアルキル、アセチル酸、アセト酢酸カルボン酸等の脂肪族、塩基酸にアルキル、アセチル、酢酸カルボン酸、アセト酢酸カルボン酸等の脂肪族、塩基酸、不飽和等が挙げられる。これらは、単独または2種類以上の組合合わせて使用することができる。本発明では、さらに、顔料、紫外線吸収剤、酸化防止剤、抗カビ剤、潤滑剤等を添加して変性することが可能である。

〔 〇〇二一 〕

【作用】本発明では、王錫の本質的にはヨウ素化でも
り、末端に架橋可能な加水分解性シリカ基を有する重合
50 体(A)に、有機錫化合物(B)、アミン化合物(C)

及びジアリールジアルコキシンラン (D) を所定量配合することにより、著しく硬化速度を上昇させている。このような配合によって硬化速度が上昇する理由についてその詳細は明らかではないが、ルイス酸である有機錫化合物 (B) に、塩基であるアミン化合物 (C) 及びジアリールジアルコキシンラン (D) が何らかの相互作用をすることにより、末端に架橋可能な加水分解性の「ル基」を有する重合体 (A) のシリル基のヒドロカルボル化加水分解及びラノール縮合反応に対する有機錫化合物

(B) の触媒作用を高めているものと推察される

【0022】本発明において、ジアリールジアルコキシンラン (D) が特に有効である理由について詳細は明らかではないが、フェニル基が 1 個結合しているモノアリールシンラン化合物に比べ、フェニル基が 2 個結合しているためケイ素原子上の電荷密度がより高められており、またフェニル基が 3 個結合したトリアリールシンラン化合物に比べると、フェニル基が 2 個であるためケイ素原子周りの立体障害もさほど大きくなく、適当な相互作用を示すものと思われる

【0023】

【実施例】

硬化性組成物の調製

* 主鎖が本質的にホリエーテルであり、末端に架橋可能な加水分解性シリル基を有する重合体 (A) として、「サイアリル 5 A 0.3」（商品名）（鐘淵化学社製、分子量 8500）を用いて、表 1 に示す実施例 1 ～ 1.1 及び表 2 に示す比較例 1 ～ 1.0 の配合で硬化性組成物を調製した。120°C で 2 時間予備乾燥した炭酸カルシウム及び酸化チタンを、「サイアリル 5 A 0.3」及びジオクチルオクタレートと共に混合攪拌機に入れ密封状態で混合した後、残りの添加剤をさらに添加し、均一に混合して硬化性組成物とした

【0024】物性測定方法

①タックフリータイムの測定

JIS-A 5758 に準拠し、温度 23°C 湿度 60% RH で行った

②硬化物の引張試験

得られた硬化性組成物について、それぞれ厚さ 2 mm のシートを作製し、20°C 60% RH で 1 週間養生した後、JIS-K 6301 に準拠し 3 号ダンベル試験片を作製して、5.0 mm/分の速度で引張試験を行った。得られた結果を表 1 及び表 2 に示す

【0025】

【表 1】

		実施例										
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
(A) サイリル5A03		100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100
炭酸カルシウム		140	140	140	140	140	140	140	140	140	140	140
酸化チタン		20	20	20	20	20	20	20	20	20	20	20
ジオクチルタレート		30	30	30	30	30	30	30	30	30	30	30
(B) ジブチル錫ジラウレート		2	—	—	—	—	—	—	4	—	—	—
(B) ピス(ジブチル錫 ジラウレート)オキサイド		—	2	2	3	2	2	2	—	3	3	3
(C) ラウリルアミン		3	—	2	—	2	2	—	3	—	—	—
(C) N-[2-アミノエチル]-3- アミノプロピルトリメトキシシラン		3	2	—	—	—	—	2	—	—	—	—
(C) N-[2-アミノエチル]-3- アミノプロピルメチルジメトキシシラン		—	—	—	2	2	3	—	—	—	—	—
(C) オクチルアミン		—	—	—	—	—	—	—	—	2	—	—
(C) ベンジルアミン		—	—	—	—	—	—	—	—	—	3	—
(C) ジ-n-オクチルアミン		—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	5
(D) ジフェニルジメトキシシラン		1	0.5	0.8	1	0.4	0.1	—	1	0.8	0.8	1
(D) ジフェニルジエトキシシラン		—	—	—	—	—	—	0.5	—	—	—	—
タックフリータイム (分)		45	45	45	30	30	45	60	30	45	45	60
ダブル引張物性	50%モジュラス(kg/cm ²)	1.8	2.3	2.0	2.1	2.1	2.7	2.2	1.7	1.8	1.8	1.5
	破断伸び(%)	750	640	670	790	740	680	640	770	760	770	750
	破断強度(kg/cm ²)	8.1	9.3	9.5	10.3	9.2	9.9	9.1	7.4	7.5	7.8	7.3

【0026】

【表2】

	比較例									
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
(A) サイリル5A03	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100
炭酸カルシウム	140	140	140	140	140	140	140	140	140	140
酸化チタン	20	20	20	20	20	20	20	20	20	20
オクチルフタレート	30	30	30	30	30	30	30	30	30	30
(B) ジブチル錫ジラウレート	3	—	—	—	—	—	—	—	—	—
(B) ビス(ジブチル錫ジラウレート)オキサイド	—	2	2	2	2	2	2	2	2	2
(C) ラウリルアミン	3	—	—	2	4	—	—	—	—	—
(C) N-[2-アミノエチル]-3-アミノプロピルトリメトキシシラン	3	2	4	—	—	—	—	2	2	2
(D) ジフェニルジメトキシシラン	—	—	—	—	—	1	2	—	—	—
フェニルトリメトキシシラン	—	—	—	—	—	—	—	0.5	—	—
メチルフェニルジメトキシシラン	—	—	—	—	—	—	—	—	0.5	—
トリフェニルエトキシシラン	—	—	—	—	—	—	—	—	—	0.5
タックフリータイム (分)	>120	120	90	>120	120	>120	>120	120	120	120
ダンベル引張物性 50%モジュラス(kg/cm ²)	—	3.0	3.8	—	2.4	—	—	2.3	2.1	2.9
ダンベル引張物性 破断伸び(%)	—	510	490	—	590	—	—	650	680	500
ダンベル引張物性 破断強度(kg/cm ²)	—	10.5	11.4	—	9.5	—	—	9.3	9.2	9.7

【0027】表2において、比較例1、4、6及び7は硬化が遅いので、ダンベル引張物性の測定は行わなかった。表1及び表2の結果から明らかのように、本発明に従う実施例の硬化性組成物は、タックフリータイムが非常に短く、硬化速度の速い硬化性組成物である。

【0028】

【発明の効果】以上説明したように、本発明では、主鎖が本質的にホリエーテルであり、末端に架橋可能な加水*

* 分解性シリル基を有する重合体(A)に、有機錫化合物(B)、アミン化合物(C)及びジアリールジアルコキシシラン(D)を所定量配合することにより、引張物性等の必要なシーラント特性を満足しつつ、硬化速度の速い硬化性樹脂組成物としている。従って、本発明の室温硬化性組成物は、シーリング材等の用途に用いられる実用レベルの硬化速度を示し、シーリング材等に用いて有用なものである。